

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 02-233725

(43)Date of publication of application : 17.09.1990

(51)Int.Cl.

C08G 69/32
C08L 77/00

(21)Application number : 01-054638

(71)Applicant : HITACHI CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 07.03.1989

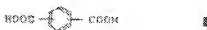
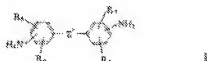
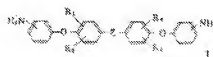
(72)Inventor : SAKATA TOICHI
NISHIZAWA HIROSHI
MUKOYAMA YOSHIYUKI

(54) AROMATIC POLYAMIDE COMPOSITION AND PRODUCTION OF TRANSPARENT AROMATIC POLYAMIDE

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the transparent title polyamide reduced in coloring, having good heat resistance and film formation in low-temperature treatment by reacting an aromatic diamine expressed by a specific structural formula with an aromatic dicarboxylic acid expressed by a specific structural formula.

CONSTITUTION: An aromatic diamine expressed by (A) formula I or (B) formula II [z and z' are O, C(CH₂)₃, C(CF₃)₂, SO₂ or CH₂; R₁ to R₈ are alkyl] is reacted with (C) an aromatic dicarboxylic acid expressed by formula III or acid derivative thereof to provide the aimed polyamide. Furthermore, preferably the component A contains 50-10mol% 2,2-bis[4-(4-aminophenoxy)phenyl]propane and the component B contains 50-90mol% 4,4'-diaminodiphenyl ether and the component C contains 50-90mol% terephthalic acid and 50-10mol% isophthalic acid.



③ 日本国特許庁(JP)

④ 特許出願公開

⑤ 公開特許公報(A) 平2-233725

⑥ Int. Cl.³

C 08 G 69/32
C 08 L 77/30

識別記号

NSU
LQX

庁内整理番号

7038-4 J
7038-4 J

⑦ 公開 平成2年(1990)9月17日

審査請求 未請求 請求項の数 8 (全8頁)

⑧ 発明の名称 透明な芳香族ポリアミドの製造法および芳香族ポリアミド組成物

⑨ 特 願 平1-54638

⑩ 出 願 平1(1989)3月7日

⑪ 発 明 者 坂 田 海 一 茨城県日立市東町4丁目13番1号 日立化成工業株式会社
茨城研究所内

⑫ 発 明 者 西 沢 広 茨城県日立市東町4丁目13番1号 日立化成工業株式会社
茨城研究所内

⑬ 発 明 者 向 山 吉 之 茨城県日立市東町4丁目13番1号 日立化成工業株式会社
茨城研究所内

⑭ 出 願 人 日立化成工業株式会社 東京都新宿区西新宿2丁目1番1号

⑮ 代 理 人 弁理士 若林 邦彦

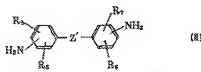
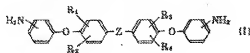
明 細 書

1. 発明の名称

透明な芳香族ポリアミドの製造法および芳香族
ポリアミド組成物

2. 特許請求の範囲

1. 一般式(I)又は(II)



(式中ZおよびZ'は-O-, $-\text{C}(\text{CH}_3)_2-$, $-\text{C}(\text{CF}_3)_2-$, $-\text{SO}_2-$
又は-CH₂-でありR₁~R₄はアルキル基であり
これらは互いに同じであつても異なつていてもよ
い)で表わされる芳香族ジアミンと、一般式(III)



で表わされる芳香族ジカルボン酸又はその酸誘導
体とを反応させることを特徴とする透明な芳香族
ポリアミドの製造法。

2. 一般式(I)で表わされる芳香族ジアミンを
50~100モル多、一般式(II)で表わされる芳香族
ジアミンを50~90モル多とした請求項1記載
の透明な芳香族ポリアミドの製造法。

3. 一般式(I)で表わされる芳香族ジアミンが2,
2'-ビス(4-(4'-アミノフェノキシ)フェニ
ル)プロパンであり、一般式(II)で表わされる芳香
族ジアミンが4,4'-ジアミノジフェニルエーテル
である請求項1又は2記載の透明な芳香族ポリ
アミドの製造法。

4. 一般式(III)で表わされる芳香族ジカルボン酸
がテレフタル酸50~90モル多とイソフタル酸
50~10モル多である請求項1、2又は3記載
の透明な芳香族ポリアミドの製造法。

5. 請求項1記載の透明な芳香族ポリアミドを

特開平2-233725 (2)

(従来の技術)

電気、電子材料として用いられている有機薄膜可溶性ポリイミド樹脂及びポリアミドイミド樹脂は、耐熱性に優れたものの一般に黄色、黄褐色、赤褐色、緑黄色などに着色しており光透過性が十分でない。したがって光センサー、画像形成用材料、カラー液晶用配向膜、太陽電池等の無色透明性が要求される各種保護膜として使用できない問題があつた。一方ポリアミド樹脂は初期の着色は少ないものの加熱により着色を生じる場合が多く、又、耐熱性に劣るのが通例であつた。

一方、耐熱性に優れたポリアミド樹脂であるアラミド系は着色が激しく赤褐色、又は茶褐色を有しており透過性が悪いという問題がある。また光透過性を重視する電気、電子材料分野では光透過性と、耐熱性が良好で低屈折率で被膜形成できるものが望まれている。

(発明が解決しようとする課題)

本発明は、この様な問題を解決するものであり透明で着色の少ない、かつ耐熱性および低屈折

有有機性溶媒中に溶解してなる芳香族ポリアミド組成物。

6. 一般式(I)で表わされる芳香族ジアミンを50～100モル%、一般式(II)で表わされる芳香族ジアミンを50～90モル%とした請求項5記載の芳香族ポリアミド組成物。

7. 一般式(I)で表わされる芳香族ジアミンが2,2'-ビス[4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパンであり、一般式(II)で表わされる芳香族ジアミンが4,4'-ジフェニルジフェニルエーテルである請求項5又は6記載の芳香族ポリアミド組成物。

8. 一般式(III)で表わされる芳香族ジカルボン酸がテラフタル酸50～90モル%とイソフタル酸50～100モル%である請求項5、6又は7記載の芳香族ポリアミド組成物。

3. 発明の詳細な説明

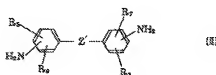
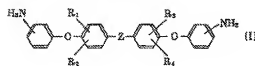
(産業上の利用分野)

本発明は透明性に優れた芳香族ポリアミドおよびこれを用いた芳香族ポリアミド組成物に関する。

環でのフィルム形成が良好な芳香族ポリアミドの製造法およびこれを用いた組成物を提供するものである。

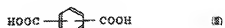
(課題を解決するための手段)

本発明は一般式(I)又は(II)



(式中、ZおよびZ'は-O-, $-\text{C}-$, $-\text{C}-$, $-\text{C}-$, SO_2

又は $-\text{CH}_2-$ であり、 $\text{R}_1 \sim \text{R}_4$ はアルキル基であり、これらは互いに同じであつても異なつていてもよい)で表わされる芳香族ジアミンと、一般式(III)

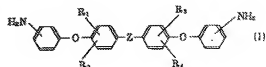


で表わされる芳香族ジカルボン酸又はその酸誘導体とを反応させる透明な芳香族ポリアミドの製造法およびこのポリアミドを用いた芳香族ポリアミド組成物に関する。

まず本発明における透明な芳香族ポリアミドについて以下説明する。

本発明における芳香族ジアミンとしては下記した一般式(I)、(II)で表わされるものを用いられる。

一般式(I)



(式中Zは-O-, $-\text{C}-$, $-\text{C}-$, $-\text{C}-$, SO_2 又は $-\text{CH}_2-$ であり、 $\text{R}_1 \sim \text{R}_4$ はアルキル基でありこれらは互いに同じであつても異なつていてもよい)で

特開平2-233725 (3)

表わされる芳香族ジアミンとしては具体的に、
 2,2-ビス[4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン、2,2-ビス[3-メチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン、
 2,2-ビス[3-クロロ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン、2,2-ビス[3-ブロモ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン、2,2-ビス[3-エチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン、2,2-ビス[3-プロピル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン、2,2-ビス[3-イソプロピル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン、2,2-ビス[3-ブチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン、
 2,2-ビス[3-sec-ブチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン、2,2-ビス[3-メトキシ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン、2,2-ビス[3-エトキシ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン、2,2-ビス[3,5-ジメチル-4-(4-

アミノフェノキシ)フェニル]プロパン、2,2-ビス[3,5-ジクロロ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン、2,2-ビス[3,5-ジブロモ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン、2,2-ビス[3,5-ジメトキシ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン、2,2-ビス[3-クロロ-4-(4-アミノフェノキシ)-5-メチルフェニル]プロパン、
 1,1-ビス[4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]エタン、1,1-ビス[3-メチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]エタン、1,1-ビス[3-クロロ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]エタン、1,1-ビス[3-ブロモ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]エタン、1,1-ビス[3-エチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]エタン、1,1-ビス[3-プロピル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]エタン、1,1-ビス[3-イソプロピル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]エタン、1,1-ビス[3-ブチル-4-(4-アミ

ノフェノキシ)フェニル]エタン、1,1-ビス[3-sec-ブチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]エタン、1,1-ビス[3-メトキシ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]エタン、1,1-ビス[3-エトキシ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]エタン、1,1-ビス[3,5-ジメチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]エタン、1,1-ビス[3,5-ジクロロ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]エタン、1,1-ビス[3,5-ジブロモ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]エタン、1,1-ビス[3,5-ジメトキシ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]エタン、1,1-ビス[3-クロロ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]-5-メチルフェニル]エタン、ビス[4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]メタン、ビス[3-メチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]メタン、ビス[3-クロロ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]メタン、ビス[3-ブロモ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]メ

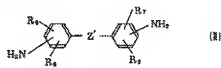
タン、ビス[3-エチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]メタン、ビス[3-プロピル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]メタン、ビス[3-イソプロピル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]メタン、ビス[3-ブチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]メタン、ビス[3-sec-ブチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]メタン、ビス[3-メトキシ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]メタン、ビス[3-エトキシ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]メタン、ビス[3,5-ジメチル-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]メタン、ビス[3,5-ジクロロ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]メタン、ビス[3,5-ジブロモ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]メタン、ビス[3,5-ジメトキシ-4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]メタン、ビス[3-クロロ-4-(4-アミノフェノキシ)-5-メチルフェニル]メタン、1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロ-2,2-ビス[4-(4-アミノフェノキシ)

特開平2-233725 (4)

シ)フエニル]プロパン, 1,1,1,3,3,3-ヘキサクロロ-2,2-ビス[4-(4-アミノフェノキシ)フエニル]プロパン, 3,3-ビス[4-(4-アミノフェノキシ)フエニル]ペンタン, 1,1-ビス[4-(4-アミノフェノキシ)フエニル]プロパン, 1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロ-2,2-ビス[3,5-ジメチル-4-(4-アミノフェノキシ)フエニル]プロパン, 1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロ-2,2-ビス[3,5-ジメチル-4-(4-アミノフェノキシ)フエニル]プロパン, 3,3-ビス[3,5-ジメチル-4-(4-アミノフェノキシ)フエニル]ペンタン, 1,1-ビス[3,5-ジメチル-4-(4-アミノフェノキシ)フエニル]プロパン, 1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロ-2,2-ビス[3,5-ジプロモ-4-(4-アミノフェノキシ)フエニル]プロパン, 1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロ-2,2-ビス[3,5-ジプロモ-4-(4-アミノフェノキシ)フエニル]プロパン, 3,3-ビス[3,5-ジプロモ-4-(4-アミノフェノキシ)フエニル]ペンタン, 1,1-

ビス[3,5-ジプロモ-4-(4-アミノフェノキシ)フエニル]プロパン, 2,2-ビス[4-(4-アミノフェノキシ)フエニル]ブタン, 2,2-ビス[3-メチル-4-(4-アミノフェノキシ)フエニル]ブタン, 2,2-ビス[3,5-ジメチル-4-(4-アミノフェノキシ)フエニル]ブタン, 2,2-ビス[3,5-ジプロモ-4-(4-アミノフェノキシ)フエニル]ブタン, 1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロ-2,2-ビス[3-メチル-4-(4-アミノフェノキシ)フエニル]プロパンなどがあげられる。

一般式(I)



(Z'は-O-, $\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ | \\ -\text{C}- \\ | \\ \text{CH}_3 \end{array}$, $\begin{array}{c} \text{CF}_3 \\ | \\ -\text{C}- \\ | \\ \text{CF}_3 \end{array}$, SO_2 又は $-\text{CH}_2-$)

であり $R_1 \sim R_4$ は、アルキル基でありこれらは互いに同じであつても異なつていてもよい)で表わ

される芳香族ジアミンとしては具体的にはm-フェニレンジアミン, p-フェニレンジアミン, 4,4'-ジアミノジフェニルメタン, 4,4'-ジアミノジフェニルエーテル, 4,4'-ジアミノジフェニルスルホン, 4,4'-ジアミノジフェニルプロパン-2,2, 4,4'-ジアミノジフェニルスルフィド, 1,5-ジアミノナフタリン, 4,4'-ジアミノジフェニルエーテル, m-トリレンジアミン, p-トリレンジアミン, 3,4-ジアミノベンズアミド, 1,4-ジアミノナフタリン, 3,3'-ジクロロ-4,4'-ジアミノジフェニル, ペンタジーン, 4,4'-ジアミノジフェニルアミン, 4,4'-ジアミノジフェニル-N-メチルアミン, 4,4'-ジアミノジフェニル-N-フェニルアミン, 3,3'-ジアミノジフェニルスルホン, 4,4'-ジアミノジフェニルジエチルシラン, 4,4'-ジアミノジフェニルシランなどがある。

一般式(I)で表わされる芳香族ジアミンとしては2,2-ビス[4-(4-アミノフェノキシ)フエニル]プロパンが好ましく、一般式(II)で表わされる

芳香族ジアミンとしては4,4'-ジアミノジフェニルエーテルが好ましく用いられる。

本発明において、一般式(I)で表わされる芳香族ジアミンを50~10モル当り、一般式(II)で表わされる芳香族ジアミンを50~90モル当りで用いることが好ましい。特に好ましくは前者が10~20モル当り、後者が90~80モル当りである。

一般式(I)で表わされる芳香族ジアミンが、50モル当りを越えるときフィルム形成性、溶解溶解性は良好であるが、耐熱性が低下し、10モル未満では耐熱性は向上するが、フィルム形成性と可とう性が低下する傾向がある。

一般式(II)で表わされる芳香族ジアミンが50モル未満では良好な耐熱性が得られず、90モル当りを越えると溶解溶解性が悪くなり、フィルムが硬く脆くなる傾向がある。

透明な芳香族ポリアミドが得られる範囲内で一部変性剤として下記のジアミン化合物を併用することができる。変性剤の使用量は、一般式(I)で表わされる芳香族ジアミンおよび一般式(II)で表わさ

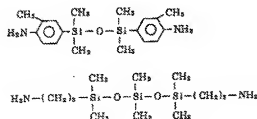
特開平2-233725 (5)

れる芳香族ジアミンに対して30モル以下が好ましい。

ジアミン化合物としては、脂肪族または脂環式ジアミンを併用してもよい。脂肪族または脂環式ジアミンとしては、ヘキサジン、ヘキサメチレンジアミン、ヘプタメチレンジアミン、オクタメチレンジアミン、ノナメチレンジアミン、デカメチレンジアミン、ドデカメチレンジアミン、mキシリレンジアミン、pキシリレンジアミン、テトラメチレンジアミン、ドデカメチレンジアミン、4,4'-ジメチルヘプタメチレンジアミン、3-メチルヘプタメチレンジアミン、2,1,1'-ジアミノノドカ、1,1,2'-ジアミノノドカ、シクロヘキサジン1,3-ジアミン、シクロヘキサジン1,4-ジアミン等がある。

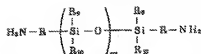
共重合方法としては、脂肪族又は脂環式ジアミンを直接共重合させても良いが、芳香族四塩基無水物であらかじめイミドジカルボン酸無水物にしたのち共重合させてもよい。又、ジアミノシロキサンを共重合させることもできる。

ジアミノシロキサンは、例えば一般式

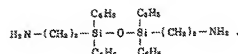
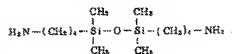
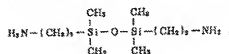


などの化合物があげられる。

本発明において一般式図で表わされる芳香族ジカルボン酸又はその酸酐誘導体としては具体的に、イソフタル酸、テレフタル酸、4-メチルイソフタル酸、4-ジフェニルエーテルジカルボン酸、2-メトキシジフェニルエーテル、4,4'-ジカルボン酸、1,4-ナフタリンジカルボン酸、5-クロロナフタリンジカルボン酸、2,4'-ビリジンジカルボン酸、2,5'-ビラジンジカルボン酸、4,4'-ベンツアニドジカルボン酸、4,4'-ベンツアニドジカルボン酸、4,4'-ベンツアニドジカルボン酸、4,4'-N-メチル-ジフェニルジカルボン酸等、また1,3-ジカルボトキシベン



(Rは二価の炭化水素基でありR₉及びR₁₀はそれぞれ同一でも異なつてもよく、mは1以上の整数である)で表わされる化合物である。Rは好ましくは炭素数1〜5のアラルキル基、フェニル基、アルキル置換フェニル基であり、R₉及びR₁₀は好ましくは炭素数1〜5のアルキル基、フェニル基、アルキル置換フェニル基である。例えば



セン、1,3-ジカルボトキシベンゼン、1,3-ジ(N,N'-ジカルボイル)ベンゼン、3-カルボトキシ安息香酸、3-ジメチルアミノカルボイル安息香酸等および以上のアミン、ジメチルアミン、トリエチルアミン、モルホリン、ピリジン等のモノないしジアンモニウム塩等の化合物があげられる。

本発明において、一般式図で表わされる好ましい芳香族ジカルボン酸又はその酸酐誘導体及びその使用割合はテレフタル酸50〜90モルとイソフタル酸50〜10モルとされる。特に好ましくは前者が80〜60モル、後者が20〜40モルである。テレフタル酸が90モル多くなると溶解性が低下し、50モル未満では耐熱性が低下し、着色が強くなる傾向がある。イソフタル酸が10モル未満ではワニス状になり、50モルを越えると耐熱性が低下し着色が増加傾向がある。耐熱性、着色、透明性を考慮しながら炭素数として前記したジカルボン酸成分を併用することができる。炭素数の使用量は、一般式図で表

特開平2-233725 (6)

わされる芳香族ジカルボン酸又はその酸誘導体に対して30モル%以下が好ましい。

本発明における上記の一般式(I)又は(II)で表わされる芳香族ジアミンと一般式(III)で表わされる芳香族ジカルボン酸又はその酸誘導体との使用割合(I) + (II)/(III)は重量比とすることが好ましく、1.02~0.98(当量比)とすることがより好ましい。

本発明において一般式(I)又は(II)で表わされる芳香族ジアミンと一般式(III)で表わされる芳香族ジカルボン酸又はその酸誘導体との反応は、N,N-ジメチルアセトアミド、N,N-ジメチルホルムアミド、N-メチルピロリドン等へ極性溶媒中で、好ましくは室温から210℃、特に好ましくは140~210℃の温度で行われる。

本反応は脱水縮合反応であり高分子量のポリアミドを得るためには脱水触媒及び溶解助剤を添加して行うのが好ましい。脱水触媒としては、亜りん酸トリフェニルが用いられるが、好ましくは亜りん酸トリフェニルが効果的であり、かつその反

応助剤としてビギンが有効である。溶解助剤としては、塩化リチウム、塩化ナトリウム等を用いることが好ましい。又高温下における酸化を防止するために窒素ガスなどの不活性ガスを吹き込みながら行うのが好ましい。

本発明により得られる透明な芳香族ポリアミドの分子量は強度と耐熱性を考慮すると還元粘度で0.3(dL/g)以上であることが好ましい。特に好ましくは0.4(dL/g)以上である。0.3(dL/g)未満ではもろくなる傾向がある。

上記の方法によつて得られた透明な芳香族ポリアミドはミキサーで水中に分散し、反応時に使用した触媒、副生成物を除去乾燥して芳香族ポリアミドの樹脂粉末を得る。この樹脂を再度有機極性溶媒中に均一に溶解させて、透明な芳香族ポリアミド組成物とする。

また、本発明においては上記の方法によつて得られた芳香族ポリアミドの樹脂溶液をそのまま透明な芳香族ポリアミド組成物としてもよい。

本発明に用いられる有機極性溶媒としては、例

えば、N,N-ジメチルホルムアミド、N,N-ジエチルホルムアミド、N,N-ジメチルアセトアミド、N,N-ジエチルアセトアミド、N-メチルピロリドン、ヘキサメチレンスルホキシド、γ-ブチrolラクトン、フェノール、o-クレゾール、m-クレゾール、p-クレゾール、キシレノール、ハロゲン化フェノール等を挙げることができる。経済性、作業性を考慮すると、N,N-ジメチルホルムアミド、N,N-ジメチルアセトアミド、N-メチルピロリドン、フェノール、o-クレゾール、m-クレゾール、p-クレゾール、キシレノール、ハロゲン化フェノールを用いることが好ましい。又、有機極性溶媒にキシレン、エチルセロソルブ、ジエチレングリコールジメチルエーテル、ジエチレングリコールジエチルエーテル、ハロゲン化炭化水素などを一部配合した混合溶媒としてもよい。本発明における透明な芳香族ポリアミド組成物の樹脂組成は有機極性溶媒中貯ましくは1~50重量%、より好ましくは5~25重量%とされる。また溶解粘度は25℃の回転粘度が0.1~1.0ポ

イズであることが好ましい。

本発明における透明な芳香族ポリアミド組成物は、例えば、回路基板、光センサーの表面被覆、画像形成材料、カラー液晶配向膜、着色の少ない耐熱性フィルム等々に使用できる。

(実施例)

本発明の実施例を説明する。

実施例1

成 分	グラム	モル
4,4'-ジアミノジフェニルエーテル(DDE)	140	0.7
2,2'-ビス[4-(4-アミノフェノキシ)フェニル]プロパン(BAPP)	123	0.3
テラフタル酸	99.6	0.6
インフタル酸	66.4	0.4
N-メチルピロリドン	800	-
亜りん酸トリフェニル	310	1.0
ビギン	200	-
リチウムクロライド	50	-

上記成分を重量計、かきまぜ機、窒素導入管、水分定量器、冷却器をつけた四つ口フラスコに入

れ酸素ガスを通し攪拌しながら100℃に昇温し同温度で4時間反応を行い、次いで徐々に温度を上げ150℃で反応を進めた。反応の終点は、HPLC(高速液体クロマトグラフ)で管理し遊元粘度0.60(dℓ/g)のポリアミド樹脂を得た。得られたポリアミドワニスをミキサーで水中に分散して樹脂、触媒等を除去した粉状の樹脂を得た。

さらに、水及びメタノールで洗浄し、残存触媒副生成物を除いた。次いで、この粉体樹脂を回収し減圧乾燥して粉状の芳香族ポリアミドを得た。この芳香族ポリアミドをジメチルホルムアミドに溶解し、濃度20重量%のワニスを調製した。このワニスを平滑なガラス板上に60μmの厚さに塗布し、200℃の熱風送風乾燥機で30分間焼付けを行いフィルムを得た。フィルムの性状、Tgおよび可視透過率の評価結果を表1に示した。

実施例2

成 分	グラム	モル
DDE	140	0.7

ビリジン	190	-
リチウムクロライド	48	-

上記成分を実施例1と同様の方法で合成、精製を行い、遊元粘度0.60(dℓ/g)の芳香族ポリアミドを得た。実施例1と同様の方法で調製したワニスについてフィルムを調製し、その評価結果を表1に示した。

比較例1

成 分	グラム	モル
DDE	80	0.4
BAPP	245	0.6
テレフタル酸	66.4	0.4
イソフタル酸	9.6	0.6
N-メチルピロリドン	918	-
亜りん酸トリフェニル	310	1.0
ビリジン	230	-
リチウムクロライド	57.4	-

上記成分を実施例1と同様の方法で合成及び精製を行い、遊元粘度0.55(dℓ/g)の芳香族ポリアミドを得た。実施例1と同様の方法でフィルム

特開平2-233725 (7)

BAPP	123	0.3
テレフタル酸	115.2	0.7
イソフタル酸	49.8	0.3
N-メチルピロリドン	800	-
亜りん酸トリフェニル	310	1.0
ビリジン	200	-
リチウムクロライド	50	-

上記成分を実施例1と同様の方法で合成、精製を行い、遊元粘度0.65(dℓ/g)の芳香族ポリアミドを得た。また、実施例1と同様の方法で調製したワニスについてフィルムを調製し、その評価結果を表1に示した。

実施例3

成 分	グラム	モル
DDE	140	0.6
BAPP	82	0.3
テレフタル酸	132.8	0.6
イソフタル酸	33.2	0.2
N-メチルピロリドン	762	-
亜りん酸トリフェニル	310	1.0

ムを調製し、その評価結果を表1に示した。

比較例2

成 分	グラム	モル
DDE	196	0.98
BAPP	82	0.02
テレフタル酸	157.7	0.95
イソフタル酸	8.3	0.05
N-メチルピロリドン	690	-
亜りん酸トリフェニル	310	1.0
ビリジン	173	-
リチウムクロライド	43	-

上記成分を実施例1と同様の方法で合成及び精製を行い、遊元粘度0.50(dℓ/g)の芳香族ポリアミドを得た。実施例1と同様の方法でフィルムを調製し、その評価結果を表1に示した。

比較例3

成 分	グラム	モル
DDE	80	0.4
BAPP	246	0.6
テレフタル酸	157.7	0.95

